

ХИМИЧЕСКАЯ ТЕХНОЛОГИЯ И ЭКОЛОГИЯ

УДК 547.362

ТЕХНОЛОГИЯ ПОЛУЧЕНИЯ МОНО- И ДИАЛКОКСИБЕНЗАЛЬДЕГИДОВ

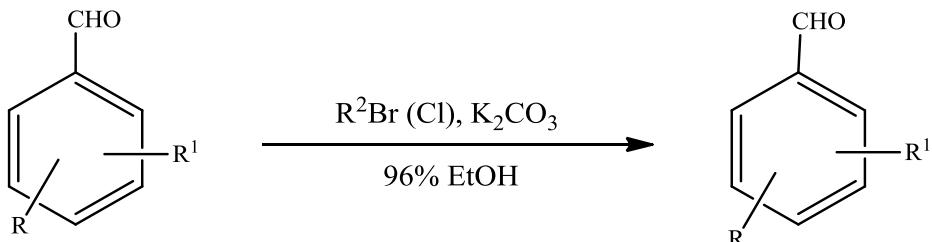
Е.А. Дикусар, В.И. Поткин, М.Ю. Мурашева, С.К. Петкович, С.Г. Стёпин

Иммобилизация душистых веществ на текстильных материалах позволяет придавать устойчивый аромат тканям. Разработка душистых веществ для создания подобных материалов является актуальной задачей легкой промышленности.

Гидроксибензальдегиды ванилинового ряда широко используются в пищевой и парфюмерной промышленности в качестве душистых веществ и отдушек [1 – 3]. Сам ванилин, легко получаемый из дешевого, доступного и возобновляемого сырья или отходов целлюлозно-бумажной промышленности [4, 5], а также его гомологи и аналоги: ванилаль, изованилин и ортованилин – благодаря присутствию в их молекулах гидроксильной и альдегидной групп могут служить удобными и доступными исходными соединениями (или синтонами) для синтеза на их основе целого ряда новых химических веществ, обладающих комплексом ценных и полезных свойств [4 – 6].

Целью данной работы является разработка удобного и масштабируемого технологического способа полученияmono- и диалкоксибензальдегидов (I_b, II_{b-d}, III_b, в, IV_{b-g}, V_b, в, VI_{b-n}, VII_{b-m}, VIII_b, в) с целью их дальнейшего использования в качестве душистых соединений и исходных веществ для дальнейших химических модификаций и превращений [6, 7]. В качестве исходных альдегидофенолов были использованы салициловый альдегид (2-гидроксибензальдегид) (I_a), 4-гидроксибензальдегид (I_b), ортованилин (2-гидрокси-3-метоксибензальдегид) (III_a), β-резорциловый альдегид (2,4-дигидроксибензальдегид) (IV_a), изованилин (3-гидрокси-4-метоксибензальдегид) (V_a), ванилин (4-гидрокси-3-метоксибензальдегид) (VI_a), ванилаль (4-гидрокси-3-этоксибензальдегид) (VII_a), протокатеховый альдегид (3,4-дигидроксибензальдегид) (VIII_a) [8, 9].

Целевые mono- (I_b, II_{b-d}) и диалкоксибензальдегиды (III_b, в, IV_{b-g}, V_b, в, VI_{b-n}, VII_{b-m}, VIII_b, в) получали по реакции Вильямсона [10], специально модифицированной для достижения высокой степени конверсии исходных гидроксибензальдегидов (I_a-VIII_a) и чистоты образующихся соединений. Синтез проводили кипячением смеси исходных гидрокси- или дигидроксибензальдегидов (I_a-VIII_a), соответствующих бромалкилов, бромциклоалкилов или бензилхлорида, безводного карбоната калия в среде 96%-ного этанола в течение 10 – 12 ч. Для предотвращения окисления альдегидной группы в карбоксильную в процессе проведения синтеза применяли барботирование через кипящую реакционную смесь слабого тока азота. Дополнительную очистку полученных mono- (I_b, II_{b-d}) и диалкоксибензальдегидов (III_b, в, IV_{b-g}, V_b, в, VI_{b-n}, VII_{b-m}, VIII_b, в) проводили низкотемпературной кристаллизацией из смеси бензола и гексана, или колоночной хроматографией на оксиде алюминия (II степени активности по Брокману, нейтральный), элюент – бензол [11].



(Ia-VIIIa)

(Iб, IIб-д, IIIб, в, IVб-г, Vб, в, VIб-н, VIIб-м, VIIIб, в)

$R = H$, $2-R^I = OH$ (Ia), $n\text{-Bu}$ (Iб); $R = H$, $4-R^I = OH$ (IIa), $n\text{-Bu}$ (IIб), $(CH_2)_{14}Me$ (IIв), цикло- C_6H_{11} (IIг), $CH_2C_6H_5$ (IIд); $3-R = OMe$, $2-R^I = OH$ (IIIa), $n\text{-Bu}$ (IIIб), $CH_2C_6H_5$ (IIIв); $2-R = 4-R^I = OH$ (IVa), $n\text{-Bu}$ (IVб), $CH_2C_6H_5$ (IVв); $4-R = OMe$, $3-R^I = OH$ (Va), $n\text{-Bu}$ (Vб), $CH_2C_6H_5$ (Vв); $3-R = OMe$, $4-R^I = OH$ (VIa), Et (VIб), $CHMe_2$ (VIв), $n\text{-Bu}$ (VIг), CH_2CHMe_2 (VIд), $(CH_2)_2CHMe_2$ (VIе), $(CH_2)_5Me$ (VIж), $(CH_2)_7Me$ (VIз), $(CH_2)_{14}Me$ (VIи), $CH_2C\equiv CH$ (VIк), цикло- C_6H_{11} (VIл), цикло- C_7H_{13} (VIм), $CH_2C_6H_5$ (VIн); $3-R = OEt$, $4-R^I = OH$ (VIIa), Et (VIIб), $CHMe_2$ (VIIв), $n\text{-Bu}$ (VIIг), CH_2CHMe_2 (VIIд), $(CH_2)_2CHMe_2$ (VIIе), $(CH_2)_5Me$ (VIIж), $(CH_2)_7Me$ (VIIз), $(CH_2)_{14}Me$ (VIIи), цикло- C_6H_{11} (VIIк), цикло- C_7H_{13} (VIIл), $CH_2C_6H_5$ (VIIм); $3-R = 4-R^I = OH$ (VIIIa), $n\text{-Bu}$ (VIIIб), $CH_2C_6H_5$ (VIIIв).

Выход синтезированных по данному методу моно- и диалкоксибензальдегидов (Iб, IIб-д, IIIб, в, IVб-г, Vб, в, VIб-н, VIIб-м, VIIIб, в) составлял 66 – 89 %. Попытки использования вместо бромалкилов или бромциклоалкилов (R^2Br) соответствующих хлоралкилов или хлорциклоалкилов (R^2Cl), за исключением бензилхлорида, оказались безуспешными и не приводили к образованию моно- и диалкоксибензальдегидов.

Состав и строение синтезированных (Iб, IIб-д, IIIб, в, IVб-г, Vб, в, VIб-н, VIIб-м, VIIIб, в) доказано данными спектров ИК и ЯМР 1H , данными элементного анализа и хромато-масс-спектрометрии. ИК спектры синтезированных соединений записаны на ИК Фурье-спектрофотометре Protege-460 фирмы “Nicolet” в тонком слое или в KBr . Спектры ЯМР 1H получены на спектрометре BS-587A (100МГц, Tesla) для 5%-ных растворов в $CDCl_3$, химические сдвиги определяли относительно внутреннего стандарта – тетраметилсилина. Масс-спектры получены на хромато-масс-спектрометре Hewlett-Packard HP 5890/5972 в режиме ионизации электронным ударом с энергией электронов 70 эВ; колонка HP-5MS 30 м \times 0,25 мм, фаза (5 % $PhMe$ Silicone) 0,25 мкм, температура испарителя – 250 °C.

Ряд диалкоксибензальдегидов (IVб-г, Vб, в, VIб-н, VIIб-м, VIIIб, в) обладают интенсивными ароматами фруктово-ягодной или цветочной направленности и являются перспективными соединениями для использования их в качестве ароматизаторов, душистых веществ и отдушек в пищевой и парфюмерной промышленности [12-15]. Моно- и диалкоксибензальдегиды (Iб, IIб-д, IIIб, в, IVб-г, Vб, в, VIб-н, VIIб-м, VIIIб, в) могут служить доступными исходными соединениями для создания на их основе новых биологически активных веществ и разработки лекарственных препаратов медицинского или сельскохозяйственного назначения [16-18].

Исходные альдегидофенолы были использованы (Ia-VIIIa) после предварительной очистки перегонкой или перекристаллизацией и имели физико-химические константы, соответствующие литературным данным [9].

Моно- (Iб, IIб-д) и диалкоксибензальдегиды (IIIб, в, IVб-г, Vб, в, VIб-н, VIIб-м, VIIIб, в). Смесь 0,1 моль гидрокси- (Ia-IIIa, Va-VIIa) или 0,05 моль дигидроксибензальдегида (IVa, VIIa), 0,11 моль соответствующего бромалкила, бромциклоалкила или бензилхлорида и 0,11 моль безводного карбоната калия кипятили с обратным холодильником в среде 96%-ного этанола (200 – 250 мл) в течение 10 – 12 ч. Через кипящую реакционную смесь применяли барботирование слабого тока азота. После охлаждения, реакционную смесь разбавляли 500 мл 10%-ного водного раствора хлорида натрия. Выпавшие из реакционной смеси в виде осадков кристаллические целевые продукты (IIв, д, IIIв, IVб, г, Vб, в, VIг, ж-к, н, VIIг, ж-и, м) отделяли фильтрованием на стеклянном пористом фильтре, промывали водой (2-3 л), сушили при пониженном давлении (50 – 100 мм рт. ст. над безводным сульфатом магния или сульфатом натрия. Жидкие продукты (Iб, IIб, г, IIIб, IVв, VIв-е, л, м, VIIб, в, д, е, к, л) экстрагировали хлористым метиленом (3 \times 150 мл), растворитель удаляли, остатки вакуумировали. Дополнительную очистку полученных моно- (Iб, IIб-д) и диалкоксибензальдегидов (IIIб, в, IVб-г, Vб, в, VIб-н, VIIб-м, VIIIб, в) проводили низкотемпературной кристаллизацией

из смеси бензола и гексана, или колоночной хроматографией на оксиде алюминия (II степени активности по Брокману, нейтральный), элюент – бензол.

2-н-Бутоксибензальдегид (Iб). Выход 89 %, d_{20}^{20} 0,9846, n_D^{20} 1,5360. ИК спектр, ν , см⁻¹: 3104, 3070, 3040, 3015 (**CHAR**); 2959, 2935, 2873 (**CHAlk**); 2755 (**CHCHO**); 1674, 1665, 1646 (**C=O**); 1620, 1599, 1582, 1386 (**Ar**); 1487, 1459 (**CH₂**); 1286, 1243, 1189, 1161, 1102, 1006, 972 (**C-O**); 883, 831, 758, 721 (**CHAR**). Спектр ЯМР ¹H, δ, м.д.: 0,98 т (**3H, Me**), 1,25 – 2,05 м [**4H, (CH₂)₂**], 4,06 т (**2H, CH₂O**), 6,75 – 7,95 м (**4H, C₆H₄**), 10,51 с (**1H, CHO**). Масс-спектр: m/z 178 [M]⁺. Найдено, %: **C** 74,38; **H** 8,10. **C₁₁H₁₄O₂**. Вычислено, %: **C** 74,13; **H** 7,92. М 178,23.

4-н-Бутоксибензальдегид (IIб). Выход 87 %, d_{20}^{20} 0,9961, n_D^{20} 1,5405. ИК спектр, ν , см⁻¹: 3070, 3065, 3013 (**CHAR**); 2959, 2936, 2873, 2828 (**CHAlk**); 2736 (**CHCHO**); 1695 (**C=O**); 1602, 1577, 1510, 1394 (**Ar**); 1468, 1428 (**CH₂**); 1313, 1258, 1216, 1160, 1110, 1005, 970 (**C-O**); 833 (**CHAR**). Спектр ЯМР ¹H, δ, м.д.: 0,96 т (**3H, Me**), 1,25 – 2,04 м [**4H, (CH₂)₂**], 4,01 т (**2H, CH₂O**), 6,75 – 7,95 м (**4H, C₆H₄**), 9,85 с (**1H, CHO**). Масс-спектр: m/z 178 [M]⁺. Найдено, %: **C** 74,33; **H** 8,13. **C₁₁H₁₄O₂**. Вычислено, %: **C** 74,13; **H** 7,92. М 178,23.

4-н-Пентадеканоксибензальдегид (IIв). Выход 89 %, т. пл. 45 – 46 °С. ИК спектр, ν , см⁻¹: 3070, 3035, 3015 (**CHAR**); 2954, 2916, 2849, 2810 (**CHAlk**); 2739 (**CHCHO**); 1688 (**C=O**); 1606, 1580, 1510, 1403 (**Ar**); 1470, 1430 (**CH₂**); 1318, 1268, 1218, 1164, 1109, 1011, 972 (**C-O**); 859, 831, 718 (**CHAR**). Спектр ЯМР ¹H, δ, м.д.: 0,89 т (**3H, Me**), 1,26 уш. с [**24H, (CH₂)₁₂**], 1,95 т (**2H, CH₂**), 4,14 т (**2H, CH₂O**), 6,72 – 7,98 м (**4H, C₆H₄**), 9,84 с (**1H, CHO**). Масс-спектр: m/z 332 [M]⁺. Найдено, %: **C** 79,94; **H** 10,15. **C₂₂H₃₆O₂**. Вычислено, %: **C** 79,46; **H** 10,91. М 332,52.

4-Циклогексилоксибензальдегид (IIг). Выход 66 %, d_{20}^{20} 1,1012, n_D^{20} 1,5610. ИК спектр, ν , см⁻¹: 3073, 3026 (**CHAR**); 2936, 2858 (**CHAlk**); 2735 (**CHCHO**); 1689 (**C=O**); 1600, 1574, 1507 (**Ar**); 1449, 1429 (**CH₂**); 1309, 1258, 1217, 1160, 1110, 1043, 1020, 967 (**C-O**); 860, 834 (**CHAR**). Спектр ЯМР ¹H, δ, м.д.: 1,10 – 2,30 м [**10H, (CH₂)₅**], 4,37 уш. с (**1H, CH**), 6,72 – 7,95 м (**4H, C₆H₄**), 9,86 с (**1H, CHO**). Масс-спектр: m/z 204 [M]⁺. Найдено, %: **C** 76,80; **H** 8,07. **C₁₃H₁₆O₂**. Вычислено, %: **C** 76,44; **H** 7,90. М 204,26.

4-Бензилоксибензальдегид (IIд). Выход 83 %, т. пл. 74 – 75 °С. ИК спектр, ν , см⁻¹: 3090, 3080, 3055, 3036, 3008 (**CHAR**); 2940, 2829, 2803 (**CHAlk**); 2745 (**CHCHO**); 1687 (**C = O**); 1601, 1575, 1509, 1425, 1394 (**Ar**); 1462, 1452 (**CH₂**); 1330, 1301, 1261, 1214, 1165, 1110, 1018 (**C-O**); 867, 832, 735, 696 (**CHAR**). Спектр ЯМР ¹H, δ, м.д.: 5,15 с (**2H, CH₂O**), 7,07 – 7,85 м (**9H, C₆H₄ и C₆H₅**), 9,89 с (**1H, CHO**). Масс-спектр: m/z 212 [M]⁺. Найдено, %: **C** 79,48; **H** 5,93. **C₁₄H₁₂O₂**. Вычислено, %: **C** 79,22; **H** 5,70. М 212,24.

2-н-Бутокси-3-метоксибензальдегид (IIIб). Выход 80 %, d_{20}^{20} 0,9451, n_D^{20} 1,5235. ИК спектр, ν , см⁻¹: 3090, 3070, 3005 (**CHAR**); 2959, 2936, 2871, 2841 (**CHAlk**); 2736 (**CHCHO**); 1692 (**C=O**); 1594, 1584, 1483, 1378 (**Ar**); 1456, 1442 (**CH₂**); 1312, 1265, 1249, 1185, 1067, 1022 (**C-O**); 785, 764 (**CHAR**). Спектр ЯМР ¹H, δ, м.д.: 0,96 т (**3H, Me**), 1,25 – 1,98 м [**4H, (CH₂)₂**], 3,87 с (**3H, MeO**), 4,12 т (**2H, CH₂O**), 6,90 – 6,55 м (**3H, C₆H₃**), 10,45 с (**1H, CHO**). Масс-спектр: m/z 208 [M]⁺. Найдено, %: **C** 69,45; **H** 7,81. **C₁₂H₁₆O₃**. Вычислено, %: **C** 69,21; **H** 7,74. М 208,25.

2-Бензилокси-3-метоксибензальдегид (IIIв). Выход 74 %, т. пл. 33 – 34 °С. ИК спектр, ν , см⁻¹: 3090, 3061, 3030, 3007 (**CHAR**); 2967, 2940, 2899, 2878, 2840 (**CHAlk**); 2776, 2746 (**CHCHO**); 1694 (**C=O**); 1594, 1584, 1480, 1390, 1367 (**Ar**); 1455, 1439 (**CH₂**); 1307, 1267, 1247, 1190, 1081, 1062, 968 (**C-O**); 919, 908, 858, 780, 765, 753, 698 (**CHAR**). Спектр ЯМР ¹H, δ, м.д.: 3,94 с (**3H, MeO**), 5,20 с (**2H, CH₂**), 7,10 – 7,45 м (**8H, C₆H₃ и C₆H₅**), 10,27 с (**1H, CHO**). Масс-спектр: m/z 242 [M]⁺. Найдено, %: **C** 74,66; **H** 5,99. **C₁₅H₁₄O₃**. Вычислено, %: **C** 74,36; **H** 5,82. М 242,27.

2,4-Дизоксибензальдегид (IVб). Выход 85 %, т. пл. 70 – 71 °С. ИК спектр, ν , см⁻¹: 3090, 3075, 3040 (**CHAR**); 2981, 2950, 2931, 2902, 2859 (**CHAlk**); 2773(**CHCHO**); 1672 (**C=O**); 1606, 1590, 1570, 1498, 1402 (**Ar**); 1470, 1760, 1452, 1442 (**CH₂**); 1328, 1262, 1230, 1187, 1117, 1095, 1045, 999 (**C-O**); 915, 854, 819, 808, 676 (**CHAR**). Спектр ЯМР ¹H, δ, м.д.:

1,30 – 1,57 м (**6H, 2Me**), 4,88-4,30 м (**4H, 2CH₂**), 6,25-7,85 м (**3H, C₆H₃**), 10,30 с (**1H, CHO**). Масс-спектр: m/z 194 [M]⁺. Найдено, %: **C** 68,43; **H** 7,34. **C₁₁H₁₄O₃**. Вычислено, %: **C** 68,02; **H** 7,27. М 194,23.

2,4-Ди-н-бутоксибензальдегид (IVв). Выход 81 %, d₂₀²⁰ 1,0488, n_D²⁰ 1,5280. ИК спектр, ν, см⁻¹: 3093, 3070, 3035 (**CHAR**); 2959, 2935, 2873 (**CHAlk**); 2761 (**CHCHO**); 1679, 1630 (**C=O**); 1601, 1576, 1505, 1390 (**Ar**); 1467, 1436 (**CH₂**); 1334, 1293, 1261, 1224, 1187, 1115, 1067, 1010, 987 (**C-O**); 817, 805, 760 (**CHAR**). Спектр ЯМР ¹**H**, δ, м.д.: 0,97 т (**6H, 2Me**), 1,15 – 2,10 м [**8H, 2(CH₂)₂**], 3,80 – 4,30 м (**4H, 2CH₂O**), 6,27 – 7,88 м (**3H, C₆H₃**), 10,31 с (**1H, CHO**). Масс-спектр: m/z 250 [M]⁺. Найдено, %: **C** 72,29; **H** 9,03. **C₁₅H₂₂O₃**. Вычислено, %: **C** 71,97; **H** 8,86. М 250,33.

2,4-Дибензилоксибензальдегид (IVг). Выход 75 %, т. пл. 85 – 86 °С. ИК спектр, ν, см⁻¹: 3090, 3065, 3034 (**CHAR**); 2964, 2925, 2870, 2847 (**CHAlk**); 2764 (**CHCHO**); 1670 (**C=O**); 1607, 1578, 1501, 1436, 1369 (**Ar**); 1460 (**CH₂**); 1331, 1260, 1218, 1185, 1100, 1016 (**C-O**); 833, 818, 740, 731, 698, 674 (**CHAR**). Спектр ЯМР ¹**H**, δ, м.д.: 5,12 с и 5,15 с (**4H, 2CH₂O**), 6,50 – 7,95 м (**13H, 2C₆H₅ и C₆H₃**), 10,42 с (**1H, CHO**). Масс-спектр: m/z 318 [M]⁺. Найдено, %: **C** 79,61; **H** 5,92. **C₂₁H₁₈O₃**. Вычислено, %: **C** 79,22; **H** 5,70. М 318,37.

3-н-Бутокси-4-метоксибензальдегид (Vб). Выход 83 %, т. пл. 38 – 39 °С. ИК спектр, ν, см⁻¹: 3080, 3011 (**CHAR**); 2959, 2935, 2872, 2841 (**CHAlk**); 2766 (**CHCHO**); 1687 (**C=O**); 1587, 1512, 1394 (**Ar**); 1463, 1437 (**CH₂**); 1341, 1267, 1240, 1163, 1135, 1022 (**C-O**); 867, 810, 740 (**CHAR**). Спектр ЯМР ¹**H**, δ, м.д.: 0,92 т (**3H, Me**), 1,22 – 2,00 м [**4H, (CH₂)₂**], 3,81 с (**3H, MeO**), 4,00 т (**2H, CH₂O**), 6,72 – 7,45 м (**3H, C₆H₃**), 9,77 с (**1H, CHO**). Масс-спектр: m/z 208 [M]⁺. Найдено, %: **C** 69,53; **H** 7,96. **C₁₂H₁₆O₃**. Вычислено, %: **C** 69,21; **H** 7,74. М 208,25.

3-Бензилокси-4-метоксибензальдегид (Vв). Выход 82 %, т. пл. 64 – 65 °С. ИК спектр, ν, см⁻¹: 3072, 3046, 3035, 3009 (**CHAR**); 2964, 2932, 2872, 2840, 2812 (**CHAlk**); 2749, 2718 (**CHCHO**); 1677 (**C=O**); 1596, 1583, 1506, 1390, 1383 (**Ar**); 1457, 1432 (**CH₂**); 1260, 1236, 1159, 1009 (**C-O**); 872, 851, 807, 766, 736, 697, 640 (**CHAR**). Спектр ЯМР ¹**H**, δ, м.д.: 3,96 с (**3H, MeO**), 5,19 с (**2H, CH₂**), 6,99 – 7,48 м (**8H, C₆H₃ и C₆H₅**), 9,82 с (**1H, CHO**). Масс-спектр: m/z 242 [M]⁺. Найдено, %: **C** 74,79; **H** 5,92. **C₁₅H₁₄O₃**. Вычислено, %: **C** 74,36; **H** 5,82. М 242,27.

3-Метокси-4-этоксибензальдегид (VIб). Выход 88 %, т. пл. 57 – 58 °С. ИК спектр, ν, см⁻¹: 3083, 3057, 3040, 3000 (**CHAR**); 2980, 2942, 2094, 2890, 2855 (**CHAlk**); 2767 (**CHCHO**); 1699, 1683, 1675 (**C=O**); 1598, 1584, 1509, 1393 (**Ar**); 1477, 1463 (**CH₂**); 1266, 1238, 1137, 1044, 1028 (**C-O**); 921, 860, 804, 733, 656 (**CHAR**). Спектр ЯМР ¹**H**, δ, м.д.: 1,46 т (**3H, Me**), 3,89 с (**3H, MeO**), 4,15 т (**2H, CH₂O**), 6,85 – 7,50 м (**3H, C₆H₃**), 9,80 с (**1H, CHO**). Масс-спектр: m/z 180 [M]⁺. Найдено, %: **C** 67,04; **H** 6,66. **C₁₀H₁₂O₃**. Вычислено, %: **C** 66,65; **H** 6,71. М 180,20.

3-Метокси-4-изо-пропоксибензальдегид (VIв). Выход 68 %, d₂₀²⁰ 1,0004, n_D²⁰ 1,5490. ИК спектр, ν, см⁻¹: 3080, 3024 (**CHAR**); 2979, 2936, 2833 (**CHAlk**); 2740, 2729 (**CHCHO**); 1685 (**C=O**); 1594, 1584, 1507, 1386 (**Ar**); 1268, 1237, 1135, 1109, 1033, 950 (**C-O**); 866, 813, 781, 731, 655 (**CHAR**). Спектр ЯМР ¹**H**, δ, м.д.: 1,34 д (**6H, Me₂C**), 3,84 с (**3H, MeO**), 4,61 септ (**1H, CH**), 6,76 – 7,42 м (**3H, C₆H₃**), 9,77 с (**1H, CHO**). Масс-спектр: m/z 194 [M]⁺. Найдено, %: **C** 68,31; **H** 7,46. **C₁₁H₁₄O₃**. Вычислено, %: **C** 68,02; **H** 7,27. М 194,23.

4-н-Бутокси-3-метоксибензальдегид (VIг). Выход 85 %, т. пл. 31 – 32 °С. ИК спектр, ν, см⁻¹: 3072, 3060, 3003 (**CHAR**); 2959, 2937, 2873, 2835 (**CHAlk**); 2761, 2732 (**CHCHO**); 1682 (**C=O**); 1596, 1585, 1510, 1397 (**Ar**); 1466, 1424 (**CH₂**); 1332, 1267, 1239, 1159, 1136, 1023 (**C-O**); 868, 819, 772, 731 (**CHAR**). Спектр ЯМР ¹**H**, δ, м.д.: 0,96 т (**3H, Me**), 1,25 – 2,10 м [**4H, (CH₂)₂**], 3,89 с (**3H, MeO**), 4,11 т (**2H, CH₂O**), 6,85 – 7,55 м (**3H, C₆H₃**), 9,81 с (**1H, CHO**). Масс-спектр: m/z 208 [M]⁺. Найдено, %: **C** 69,60; **H** 7,87. **C₁₂H₁₆O₃**. Вычислено, %: **C** 69,21; **H** 7,74. М 208,25.

4-изо-Бутокси-3-метоксибензальдегид (VIд). Выход 68 %, d₂₀²⁰ 0,9842, n_D²⁰ 1,5460. ИК спектр, ν, см⁻¹: 3080, 3060, 3004 (**CHAR**); 2960, 2937, 2918, 2874, 2834 (**CHAlk**); 2762,

2730 (***CHCHO***); 1683 (***C=O***); 1596, 1586, 1510, 1397 (***Ar***); 1467, 1424 (***CH₂***); 1341, 1268, 1239, 1159, 1136, 1021 (***C-O***); 867, 809, 782, 731, 653 (***CHAR***). Спектр ЯМР ^1H , δ , м.д.: 1,03 д (***6H, Me₂C***), 1,70 – 2,45 м (***1H, CH***), 3,84 д (***2H, CH₂***), 3,89 с (***3H, MeO***), 6,82 – 7,53 м (***3H, C₆H₃***), 9,82 с (***1H, CHO***). Масс-спектр: m/z 208 [M]⁺. Найдено, %: ***C*** 69,33; ***H*** 7,64. ***C₁₂H₁₆O₃***. Вычислено, %: ***C*** 69,21; ***H*** 7,74. М 208,25.

4-изо-Амилокси-3-метоксибензальдегид (VIe). Выход 70 %, d_{20}^{20} 1,0967, n_D^{20} 1,5445. ИК спектр, ν , см⁻¹: 3070, 3056, 3003 (***CHAR***); 2956, 2936, 2871, 2835 (***CHalk***); 2763, 2729 (***CHCHO***); 1683 (***C = O***); 1596, 1586, 1510, 1397 (***Ar***); 1466, 1425 (***CH₂***); 1340, 1267, 1240, 1159, 1136, 1034, 1009, 977 (***C-O***); 871, 812, 766, 731 (***CHAR***). Спектр ЯМР ^1H , δ , м.д.: 0,92 д (***6H, Me₂C***), 1,55 – 1,95 м (***3H, CH₂ и CH***), 3,84 с (***3H, MeO***), 4,06 т (***2H, CH₂O***), 6,85 – 7,41 м (***3H, C₆H₃***), 9,77 с (***1H, CHO***). Масс-спектр: m/z 222 [M]⁺. Найдено, %: ***C*** 70,65; ***H*** 8,29. ***C₁₃H₁₈O₃***. Вычислено, %: ***C*** 70,24; ***H*** 8,16. М 222,28.

4-н-Гексилокси-3-метоксибензальдегид (VIж). Выход 89 %, т. пл. 34 – 35 °С. ИК спектр, ν , см⁻¹: 3070, 3058, 3004 (***CHAR***); 2957, 2931, 2871, 2858 (***CHalk***); 2762, 2722 (***CHCHO***); 1685 (***C=O***); 1596, 1586, 1510, 1396 (***Ar***); 1466, 1424 (***CH₂***); 1340, 1268, 1240, 1159, 1136, 1035, 1020 (***C-O***); 868, 807, 782, 731 (***CHAR***). Спектр ЯМР ^1H , δ , м.д.: 0,90 т (***3H, Me***), 1,15 – 1,60 м [***6H, (CH₂)₃***], 1,85 т (***2H, CH₂***), 3,91 с (***3H, MeO***), 4,09 т (***2H, CH₂O***), 6,78 – 7,51 м (***3H, C₆H₃***), 9,83 с (***1H, CHO***). Масс-спектр: m/z 236 [M]⁺. Найдено, %: ***C*** 71,38; ***H*** 8,72. ***C₁₄H₂₀O₃***. Вычислено, %: ***C*** 71,16; ***H*** 8,53. М 236,31.

3-Метокси-4-н-октилоксибензальдегид (VIз). Выход 86 %, т. пл. 30 – 31 °С. ИК спектр, ν , см⁻¹: 3081, 3005 (***CHAR***); 2978, 2956, 2934, 2919, 2875, 2854 (***CHalk***); 2762, 2723 (***CHCHO***); 1689, 1684, 1670 (***C=O***); 1596, 1585, 1510, 1392 (***Ar***); 1467, 1426 (***CH₂***); 1276, 1270, 1238, 1159, 1136, 1028 (***C-O***); 868, 805, 732, 658 (***CHAR***). Спектр ЯМР ^1H , δ , м.д.: 0,89 т (***3H, Me***), 1,12 – 1,70 м [***10H, (CH₂)₅J***], 1,91 т (***2H, CH₂***), 3,93 с (***3H, MeO***), 4,10 т (***2H, CH₂O***), 6,78 – 7,52 м (***3H, C₆H₃***), 9,85 с (***1H, CHO***). Масс-спектр: m/z 264 [M]⁺. Найдено, %: ***C*** 73,03; ***H*** 9,19. ***C₁₆H₂₄O₃***. Вычислено, %: ***C*** 72,69; ***H*** 9,15. М 264,36.

3-Метокси-4-н-пентадеканоксибензальдегид (VIи). Выход 82 %, т. пл. 44 – 45 °С. ИК спектр, ν , см⁻¹: 3078, 2998 (***CHAR***); 2960, 2917, 2850 (***CHalk***); 2756, 2740 (***CHCHO***); 1698, 1679 (***C=O***); 1596, 1585, 1512, 1392 (***Ar***); 1467, 1457, 1426 (***CH₂***); 1272, 1236, 1159, 1141, 1071, 1027, 1009 (***C-O***); 880, 860, 802, 732, 720, 658 (***CHAR***). Спектр ЯМР ^1H , δ , м.д.: 0,89 т (***3H, Me***), 1,26 уш. с [***24H, (CH₂)₁₂J***], 1,89 т (***2H, CH₂***), 3,93 с (***3H, MeO***), 4,10 т (***2H, CH₂O***), 6,87 – 7,52 м (***3H, C₆H₃***), 9,85 с (***1H, CHO***). Масс-спектр: m/z 362 [M]⁺. Найдено, %: ***C*** 76,64; ***H*** 10,88. ***C₂₃H₃₈O₃***. Вычислено, %: ***C*** 76,20; ***H*** 10,56. М 362,55.

3-Метокси-4-пропаргилоксибензальдегид (VIк). Выход 79 %, т. пл. 83 – 84 °С. ИК спектр, ν , см⁻¹: 3249 (***=C-H***); 3077, 3009 (***CHAR***); 2977, 2960, 2923, 2865, 2852, 2830 (***CHalk***); 2765, 2740 (***CHCHO***); 2127 (***C≡C***); 1702, 1688, 1669 (***C = O***); 1599, 1588, 1508, 1409, 1380 (***Ar***); 1471, 1451, 1432 (***CH₂***); 1281, 1267, 1244, 1158, 1135, 1035, 1003 (***C-O***); 862, 805, 735, 692, 658 (***CHAR***). Спектр ЯМР ^1H , δ , м.д.: 2,57 т (***1H, (=CH)***, 3,93 с (***3H, MeO***), 4,85 д (***2H, CH₂***), 7,05 – 7,58 м (***3H, C₆H₃***), 9,86 с (***1H, CHO***). Масс-спектр: m/z 190 [M]⁺. Найдено, %: ***C*** 69,87; ***H*** 5,47. ***C₁₁H₁₀O₃***. Вычислено, %: ***C*** 69,46; ***H*** 5,30. М 190,20.

3-Метокси-4-циклогексилоксибензальдегид (VIл). Выход 66 %, d_{20}^{20} 1,1457, n_D^{20} 1,5625. ИК спектр, ν , см⁻¹: 3077, 3004 (***CHAR***); 2936, 2857 (***CHalk***); 2757, 2730 (***CHCHO***); 1683 (***C=O***); 1595, 1583, 1506, 1424, 1396 (***Ar***); 1465, 1452 (***CH₂***); 1336, 1267, 1237, 1159, 1136, 1033, 967 (***C-O***); 866, 812, 782, 730, 652 (***CHAR***). Спектр ЯМР ^1H , δ , м.д.: 0,95 – 2,25 м [***10H, (CH₂)₅J***], 3,83 с (***3H, MeO***), 4,32 уш. с (***1H, CH***), 6,80 – 7,42 м (***3H, C₆H₃***), 9,76 с (***1H, CHO***). Масс-спектр: m/z 234 [M]⁺. Найдено, %: ***C*** 72,18; ***H*** 8,01. ***C₁₄H₁₈O₃***. Вычислено, %: ***C*** 71,77; ***H*** 7,74. М 234,29.

3-Метокси-4-циклогентилюксиибензальдегид (VIм). Выход 69 %, d_{20}^{20} 1,0888, n_D^{20} 1,5675. ИК спектр, ν , см⁻¹: 3076, 3002 (***CHAR***); 2931, 2857 (***CHalk***); 2756, 2724 (***CHCHO***); 1682 (***C=O***); 1595, 1583, 1505, 1424, 1395 (***Ar***); 1464 (***CH₂***); 1337, 1266, 1238, 1158, 1136, 1033, 999 (***C-O***); 867, 810, 782, 729, 652 (***CHAR***). Спектр ЯМР ^1H , δ , м.д.: 1,15 – 2,25 м [***12H, (CH₂)₆J***], 3,86 с (***3H, MeO***), 4,49 уш. с (***1H, CH***), 6,76 – 7,49 м (***3H, C₆H₃***), 9,79 с (***1H,***

CHO). Масс-спектр: m/z 248 [M]+. Найдено, %: **C** 72,83; **H** 8,27. **C₁₅H₂₀O₃**. Вычислено, %: **C** 72,55; **H** 8,12. М 248,32.

4-Бензилокси-3-метоксибензалъдегид (VIн). Выход 79 %, т. пл. 62 – 63 °С. ИК спектр, ν, см⁻¹: 3095, 3080, 3060, 3048, 3035, 3013 (**CHAR**); 2972, 2949, 2936, 2870, 2839 (**CHalk**); 2762, 2733 (**CHCHO**); 1694, 1674 (**C=O**); 1597, 1583, 1505, 1425, 1400, 1384 (**Ar**); 1465 (**CH₂**); 1348, 1277, 1261, 1236, 1159, 1133, 1031, 989 (**C-O**); 919, 866, 856, 813, 748, 728, 698, 657 (**CHAR**). Спектр ЯМР ¹H, δ, м.д.: 3,91 с (**3H, MeO**), 5,21 с (**2H, CH₂**), 6,77 – 7,60 м (**8H, C₆H₃ и C₆H₅**), 9,81 с (**1H, CHO**). Масс-спектр: m/z 242 [M]+. Найдено, %: **C** 74,68; **H** 6,05. **C₁₅H₁₄O₃**. Вычислено, %: **C** 74,36; **H** 5,82. М 242,27.

3,4-Диэтоксибензалъдегид (VIIб). Выход 84 %, d₂₀²⁰ 1,1090, n_D²⁰ 1,5555. ИК спектр, ν, см⁻¹: 3079, 3040, 3020 (**CHAR**); 2982, 2935, 2901, 2883, 2822 (**CHalk**); 2748, 2725 (**CHCHO**); 1686 (**C = O**); 1595, 1585, 1509, 1436, 1397 (**Ar**); 1476 (**CH₂**); 1338, 1265, 1237, 1172, 1134, 1140 (**C-O**); 919, 899, 869, 807, 791, 742, 727, 655 (**CHAR**). Спектр ЯМР ¹H, δ, м.д.: 1,30 – 1,62 м (**6H, 2Me**), 3,95 – 4,35 м (**4H, 2CH₂**), 6,88 – 7,52 м (**3H, C₆H₃**), 9,81 с (**1H, CHO**). Масс-спектр: m/z 194 [M]+. Найдено, %: **C** 68,45; **H** 7,39. **C₁₁H₁₄O₃**. Вычислено, %: **C** 68,02; **H** 7,27. М 194,23.

4-изо-Пропокси-3-этоксибензалъдегид (VIIв). Выход 69 %, d₂₀²⁰ 1,0387, n_D²⁰ 1,5445. ИК спектр, ν, см⁻¹: 3078, 3010 (**CHAR**); 2980, 2934, 2901, 2879, 2820 (**CHalk**); 2740, 2727 (**CHCHO**); 1689 (**C=O**); 1595, 1582, 1505, 1435, 1387 (**Ar**); 1467 (**CH₂**); 1334, 1267, 1237, 1169, 1133, 1107, 1043 (**C-O**); 948, 899, 869, 813, 789, 740, 655 (**CHAR**). Спектр ЯМР ¹H, δ, м.д.: 1,26 д (**6H, Me₂C**), 1,30 т (**3H, Me**), 3,99 к (**2H, CH₂**), 4,52 сент (**1H, CH**), 6,75 – 7,40 м (**3H, C₆H₃**), 9,70 с (**1H, CHO**). Масс-спектр: m/z 208 [M]+. Найдено, %: **C** 69,62; **H** 7,88. **C₁₂H₁₆O₃**. Вычислено, %: **C** 69,21; **H** 7,74. М 208,25.

4-н-Бутокси-3-этоксибензалъдегид (VIIг). Выход 84 %, т. пл. 36 – 37 °С. ИК спектр, ν, см⁻¹: 3080, 3070, 3055, 3005 (**CHAR**); 2988, 2967, 2955, 2918, 2870, 2848 (**CHalk**); 2765, 2740 (**CHCHO**); 1683 (**C=O**); 1597, 1582, 1511, 1435, 1393 (**Ar**); 1463 (**CH₂**); 1277, 1240, 1165, 1132, 1061, 1045, 1020, 994 (**C-O**); 896, 870, 820, 804, 743, 657 (**CHAR**). Спектр ЯМР ¹H, δ, м.д.: 0,99 т (**3H, Me**), 1,46 т (**3H, Me**), 1,30 – 2,10 м [**4H, (CH₂)₂**], 3,90 – 4,32 м (**4H, 2CH₂O**), 6,82 – 7,55 м (**3H, C₆H₃**), 9,82 с (**1H, CHO**). Масс-спектр: m/z 222 [M]+. Найдено, %: **C** 70,54; **H** 8,32. **C₁₃H₁₈O₃**. Вычислено, %: **C** 70,24; **H** 8,16. М 222,28.

4-изо-Бутокси-3-этоксибензалъдегид (VIIд). Выход 66 %, d₂₀²⁰ 0,9666, n_D²⁰ 1,5350. ИК спектр, ν, см⁻¹: 3080, 3007 (**CHAR**); 2972, 2961, 2932, 1918, 2875, 2820 (**CHalk**); 2758, 2724 (**CHCHO**); 1689 (**C=O**); 1595, 1584, 1510, 1436, 1397 (**Ar**); 1471 (**CH₂**); 1339, 1269, 1238, 1168, 1134, 1042, 1023, 999 (**C-O**); 899, 869, 809, 788, 742, 653 (**CHAR**). Спектр ЯМР ¹H, δ, м.д.: 1,06 д (**6H, Me₂C**), 1,46 т (**3H, Me**), 1,60 – 2,45 м (**1H, CH**), 3,89 д (**2H, CH₂**), 4,17 к (**2H, CH₂**), 6,84 – 7,51 м (**3H, C₆H₃**), 9,83 с (**1H, CHO**). Масс-спектр: m/z 222 [M]+. Найдено, %: **C** 70,06; **H** 8,30. **C₁₃H₁₈O₃**. Вычислено, %: **C** 70,24; **H** 8,16. М 222,28.

4-изо-Амилокси-3-этоксибензалъдегид (VIIе). Выход 71 %, d₂₀²⁰ 1,0088, n_D²⁰ 1,5310. ИК спектр, ν, см⁻¹: 3080, 3010 (**CHAR**); 2957, 2933, 2872, 2820 (**CHalk**); 2765, 2722 (**CHCHO**); 1689 (**C=O**); 1595, 1585, 1511, 1436, 1396 (**Ar**); 1474 (**CH₂**); 1339, 1267, 1239, 1169, 1134, 1043, 1008, 998 (**C-O**); 899, 870, 812, 790, 742, 655 (**CHAR**). Спектр ЯМР ¹H, δ, м.д.: 0,92 д (**6H, Me₂C**), 1,44 т (**3H, Me**), 1,65 – 2,03 м (**3H, CH₂ и CH**), 3,90 – 4,28 м (**4H, 2CH₂O**), 6,75 – 7,48 м (**3H, C₆H₃**), 9,81 с (**1H, CHO**). Масс-спектр: m/z 236 [M]+. Найдено, %: **C** 71,45; **H** 8,52. **C₁₄H₂₀O₃**. Вычислено, %: **C** 71,16; **H** 8,53. М 236,31.

4-н-Гексилокси-3-этоксибензалъдегид (VIIж). Выход 88 %, т. пл. 41 – 42 °С. ИК спектр, ν, см⁻¹: 3080, 3030 (**CHAR**); 2990, 2980, 2968, 2955, 2932, 2870, 2856 (**CHalk**); 2776, 2734 (**CHCHO**); 1682 (**C=O**); 1596, 1583, 1511, 1436, 1394 (**Ar**); 1462 (**CH₂**); 1272, 1241, 1166, 1132, 1066, 1042, 991 (**C-O**); 940, 901, 867, 820, 805, 739, 660 (**CHAR**). Спектр ЯМР ¹H, δ, м.д.: 0,91 т (**3H, Me**), 1,20 – 1,60 м [**6H, (CH₂)₃**], 1,47 т (**3H, Me**), 1,95 т (**2H, CH₂**), 3,90 – 4,40 м (**4H, 2CH₂O**), 6,85 – 7,55 м (**3H, C₆H₃**), 9,83 с (**1H, CHO**). Масс-спектр: m/z 250 [M]+. Найдено, %: **C** 72,30; **H** 8,99. **C₁₅H₂₂O₃**. Вычислено, %: **C** 71,97; **H** 8,86. М 250,33.

4-н-Октилокси-3-этоксибензальдегид (VIIз). Выход 85 %, т. пл. 34 – 35 °С. ИК спектр, ν, см⁻¹: 3083, 3005 (*CHAR*); 2978, 2946, 2922, 2871, 2853 (*CHalk*); 2760, 2735 (*CHCHO*); 1686, 1674 (*C=O*); 1596, 1584, 1510, 1437, 1395 (*Ar*); 1475 (*CH₂*); 1270, 1236, 1166, 1132, 1110, 1041, 1022, 997 (*C-O*); 896, 867, 806, 742, 730, 659 (*CHAR*). Спектр ЯМР ¹H, δ, м.д.: 0,91 т (*3H, Me*), 1,18 – 1,66 м [*10H, (CH₂)₅*], 1,48 т (*3H, Me*), 1,94 т (*2H, CH₂*), 3,92 – 4,46 м (*4H, 2CH₂O*), 6,80 – 7,58 м (*3H, C₆H₃*), 9,83 с (*1H, CHO*). Масс-спектр: m/z 278 [M]⁺. Найдено, %: C 73,87; H 9,71. *C₁₇H₂₆O₃*. Вычислено, %: C 73,34; H 9,41. M 278,39.

4-н-Пентадеканокси-3-этоксибензальдегид (VIIи). Выход 84 %, т. пл. 36 – 37 °С. ИК спектр, ν, см⁻¹: 3080, 3015 (*CHAR*); 2979, 2952, 2919, 2865, 2849 (*CHalk*); 2762, 2733 (*CHCHO*); 1686, 1673 (*C=O*); 1595, 1584, 1509, 1437, 1401 (*Ar*); 1475, 1462 (*CH₂*); 1269, 1236, 1165, 1130, 1110, 1041, 1012, 997 (*C-O*); 898, 870, 807, 742, 724, 657 (*CHAR*). Спектр ЯМР ¹H, δ, м.д.: 0,88 т (*3H, Me*), 1,26 уш. с [*24H, (CH₂)₁₂*], 1,48 т (*3H, Me*), 1,90 т (*2H, CH₂*), 3,90 – 4,30 м (*4H, 2CH₂O*), 6,82 – 7,52 м (*3H, C₆H₃*), 9,83 с (*1H, CHO*). Масс-спектр: m/z 376 [M]⁺. Найдено, %: C 76,92; H 10,68. *C₂₄H₄₀O₃*. Вычислено, %: C 76,55; H 10,71. M 376,57.

4-Циклогексилокси-3-этоксибензальдегид (VIIк). Выход 66 %, d₂₀²⁰ 1,0325, n_D²⁰ 1,5550. ИК спектр, ν, см⁻¹: 3078, 3056, 3008 (*CHAR*); 2979, 2936, 2858, 2821 (*CHalk*); 2764, 2725 (*CHCHO*); 1689 (*C=O*); 1594, 1582, 1505, 1435, 1394 (*Ar*); 1460 (*CH₂*); 1267, 1236, 1169, 1134, 1041, 1020 (*C-O*); 899, 869, 812, 788, 742, 652 (*CHAR*). Спектр ЯМР ¹H, δ, м.д.: 0,95 – 2,25 м [*10H, (CH₂)₅*], 1,43 т (*3H, Me*), 4,12 к (*2H, CH₂*), 4,37 уш. с (*1H, CH*), 6,82 – 7,48 м (*3H, C₆H₃*), 9,81 с (*1H, CHO*). Масс-спектр: m/z 248 [M]⁺. Найдено, %: C 72,89; H 8,06. *C₁₅H₂₀O₃*. Вычислено, %: C 72,55; H 8,12. M 248,32.

4-Циклогептилокси-3-этоксибензальдегид (VIIл). Выход 74 %, d₂₀²⁰ 1,0774, n_D²⁰ 1,5560. ИК спектр, ν, см⁻¹: 3070, 3006 (*CHAR*); 2979, 2929, 2859, 2820 (*CHalk*); 2765, 2724 (*CHCHO*); 1688 (*C=O*); 1594, 1581, 1505, 1435, 1395 1394 (*Ar*); 1460 (*CH₂*); 1266, 1236, 1166, 1133, 1043, 995 (*C-O*); 900, 871, 811, 785, 743, 660 (*CHAR*). Спектр ЯМР ¹H, δ, м.д.: 1,05 – 2,25 м [*12H, (CH₂)₆*], 1,42 т (*3H, Me*), 4,09 к (*2H, CH₂*), 4,45 уш. с (*1H, CH*), 6,82 – 7,49 м (*3H, C₆H₃*), 9,80 с (*1H, CHO*). Масс-спектр: m/z 248 [M]⁺. Найдено, %: C 72,89; H 8,06. *C₁₅H₂₀O₃*. Вычислено, %: C 72,55; H 8,12. M 248,32.

4-Бензилокси-3-этоксибензальдегид (VIIм). Выход 88 %, т. пл. 66 – 67°С. ИК спектр, ν, см⁻¹: 3081, 3070, 3055, 3044, (*CHAR*); 2976, 2952, 2933, 2893, 2879, 2816 (*CHalk*); 2762, 2728 (*CHCHO*); 1686 (*C=O*); 1596, 1585, 1507, 1437, 1397 (*Ar*); 1467, 1455 (*CH₂*); 1345, 1268, 1227, 1169, 1135, 1042, 1014 (*C-O*); 925, 897, 863, 809, 742, 701, 654 (*CHAR*). Спектр ЯМР ¹H, δ, м.д.: 1,48 т (*3H, Me*), 4,17 к (*2H, CH₂*), 5,23 с (*2H, CH₂*), 6,85 – 7,70 м (*8H, C₆H₅ и C₆H₃*), 9,82 с (*1H, CHO*). Масс-спектр: m/z 256 [M]⁺. Найдено, %: C 75,14; H 6,43. *C₁₆H₁₆O₃*. Вычислено, %: C 74,98; H 6,29. M 256,30.

3,4-Ди-н-бутоксибензальдегид (VIIб). Выход 80 %, т. пл. 27 – 28 °С. ИК спектр, ν, см⁻¹: 3083, 3009 (*CHAR*); 2958, 2934, 2872 (*CHalk*); 2755, 2730 (*CHCHO*); 1687, 1673 (*C=O*); 1596, 1585, 1510, 1394 (*Ar*); 1466, 1438 (*CH₂*); 1276, 1237, 1167, 1134, 1064, 1026, 970 (*C-O*); 867, 807, 761, 740, 659 (*CHAR*). Спектр ЯМР ¹H, δ, м.д.: 0,96 т (*6H, 2Me*), 1,12 – 2,08 м [*8H, 2(CH₂)₂*], 3,83 – 4,20 м (*4H, 2CH₂O*), 6,80 – 7,55 м (*3H, C₆H₃*), 9,80 с (*1H, CHO*). Масс-спектр: m/z 250 [M]⁺. Найдено, %: C 72,10; H 8,76. *C₁₅H₂₂O₃*. Вычислено, %: C 71,97; H 8,86. M 250,33.

3,4-Дибензилоксибензальдегид (VIIв). Выход 72 %, т. пл. 87 – 88 °С. ИК спектр, ν, см⁻¹: 3090, 3081, 3075, 3040, 30026, 3009 (*CHAR*); 2930, 2917, 2894, 2854, 2840, 2819 (*CHalk*); 2762, 2726 (*CHCHO*); 1676 (*C=O*); 1596, 1581, 1512, 1498, 1435, 1397, 1386 (*Ar*); 1453 (*CH₂*); 1282, 1270, 1246, 1231, 1165, 1135, 1023 (*C-O*); 860, 845, 821, 758, 736, 697, 660, 630, 590 (*CHAR*). Спектр ЯМР ¹H, δ, м.д.: 5,21 с и 5,25 с (*4H, 2CH₂O*), 6,85 – 7,70 м (*13H, 2C₆H₅ и C₆H₃*), 9,82 с (*1H, CHO*). Масс-спектр: m/z 318 [M]⁺. Найдено, %: C 79,45; H 6,00. *C₂₁H₁₈O₃*. Вычислено, %: C 79,22; H 5,70. M 318,37.

ВЫВОДЫ

1. Разработан удобный масштабируемый технологичный способ получения моно- и диалкоксибензальдегидов.
2. Состав и строение синтезированных моно- и диалкоксибензальдегидов доказано данными спектров ИК и ЯМР 1H , данными элементного анализа и хромато-масс-спектрометрии.
3. Ряд синтезированных диалкоксибензальдегидов обладает интенсивными ароматами фруктово-ягодной или цветочной направленности и являются перспективными соединениями для использования их в качестве ароматизаторов, душистых веществ и отдушек в пищевой и парфюмерной промышленности.
4. Моно- и диалкоксибензальдегиды могут служить доступными исходными соединениями для создания на их основе новых биологически активных веществ и разработки лекарственных препаратов медицинского или сельскохозяйственного назначения.

Список использованных источников

1. Препаративный синтез алканоатов ванилина и ванилаля / Е. А. Дикусар [и др.] // Журн. прикл. хим. – 2005. – Т. 78, Вып. 1. – С. 122-126.
2. Производные гидроксибензальдегидов ванилинового ряда: синтез, свойства и применение / Е. А. Дикусар [и др.] // Химресурс. – 2010. – № 6 (13). – С. 39-47.
3. Функциональнозамещенные производные ванилина / Е. А. Дикусар [и др.] // Весці НАН Б. Сер. хім. науок. – 2011. – № 4. – С. 105-120.
4. Першина, Л. А. Ванилин и его производные как потенциальное сырье для синтеза биологически активных соединений / Л. А Першина, М. В. Ефанов // Хим. раст. сыр. – 1997. – № 2. – С. 42-45.
5. Дейнеко, И. П. Утилизация лигнинов: достижения, проблемы и перспективы / И. П. Дейнеко // Хим. раст. сыр. – 2012. – № 1. – С. 5-20.
6. Замещенные бензальдегиды ванилинового ряда в органическом синтезе: получение, применение, биологическая активность / Е. А. Дикусар [и др.]. – Минск : Право и экономика, 2011. – 446 с.
7. Бензальдегиды ванилинового ряда. Синтез производных, применение и биологическая активность / Е. А. Дикусар [и др.] // Saarbrücken, Germany: LAP LAMBERT Academic Publishing GmbH & Co. KG, 2012. – 612 с.
8. Ворожцов, Н. Н. Основы синтеза промежуточных продуктов и красителей / Н. Н. Ворожцов. – Москва : Госхимиздат, 1955. – 840 с.
9. Словарь органических соединений: строение, физические и химические свойства важнейших органических соединений и их производных / под ред. И. Хейльборн и Г. М. Бэнбери. – Москва : Изд-во иностранной литературы, 1949. – Т. 1. – 1072 с.; Т. 2. – 982 с.; Т. 3. – 978 с.
10. Вацуро, К. В. Именные реакции в органической химии / К. В. Вацуро, Г. Л. Мищенко. – Москва : Химия, 1976. – 528 с.
11. Берлин, А. Я. Техника лабораторной работы в органической химии / А. Я. Берлин. – Москва : Химия, 1973. – 368 с.
12. Дикусар, Е. А. Функционально-замещенные производные ванилина / Е. А. Дикусар, В. И. Поткин, Н. Г. Козлов // Матер. докл. Всеросс. конф. «Пищевые добавки и современные технологии переработки сельскохозяйственного сырья». 1 – 2 июня 2011 г. – Санкт-Петербург : ГНУ ВНИИПАКК Россельхозакадемия, 2011. – С. 40-42.
13. Dikusar, E. A. Functional substituted vanillin and vanillal derivatives / E. A. Dikusar // Book of Abstracts. International Conference “Renewable Wood and Plant Resources: Chemistry, Technology, Pharmacology, Medicine (RR 2011),” June 21-24, 2011, St. Petersburg, Russia. – St. Petersburg, Russia, 2011. – P. 280-281.

14. Продукты органического синтеза на основе лигнина – отхода целлюлозно-бумажной промышленности / Е. А. Дикусар [и др.] // Техника и технология защиты окружающей среды : материалы докл. Международн. научно-технич. конф. Минск, 26 – 27 октября 2011 г. – Минск : БГТУ, 2011. – С. 31-35.
15. Новые ароматизаторы, душистые вещества и отдушки на основе продуктов лесохимии / Е. А. Дикусар [и др.] // Новейшие достижения в области импортозамещения в химической промышленности и производстве строительных материалов и перспективы их развития. Материалы Междунар. научн.-техн. конф. в 2 ч. Минск, 25 – 27 ноября 2009 г. – Минск : БГТУ, 2009. – Ч. 2. – С. 203-206.
16. Скатецкий, В. В. Синтез 4-(10,10-диметил-8-оксо-7,8,9,10,11,12-гексагидробензо[С]акридин-7-ил)-2-метокси(этокси)-фениловых эфиров, обладающих бактерицидной активностью / В. В. Скатецкий, Е. А. Дикусар, Н. Г. Козлов // Новые лекарственные средства: успехи и перспективы. – Уфа : Гилем, 2005. – С. 61-62.
17. Catalytic synthesis of functional substituted 2,2-arylmethylene-bis-(3-hydroxy-5,5-dimethylcyclohex-2-enones) and 3,3,6,6-tetramethyl-9-aryl-3,4,5,6,7,9-hexahydro-1H-xanthene-1,8(2H)-diones / E. A. Dikusar // Book of Abstracts of International Conf. “Catalysis in Organic Synthesis (ICCOS-2012)”. September 15-20, 2012. – Moscow, Russia. – Moscow, 1012. – Р. 156.
18. Синтез и биологическая активность функционально замещенных бензальдегидов ванилинового ряда / Е. А. Дикусар [и др.] // Тез. докл. XXVI Междунар. научно-технич. конф. «Химические реагенты, реагенты и процессы малотоннажной химии (РЕАКТИВ-2012)». – Минск, 2-4 октября 2012 г. – Минск, 2012. – С. 86.

Статья поступила в редакцию 14.02.2013.

Выходные данные

Дикусар, Е. А. Технология получения моно- и диалкоксибензальдегидов / Е. А. Дикусар, В. И. Поткин, М. Ю. Мурашева, С. К. Петкович, С. Г. Стёпин // Вестник Витебского государственного технологического университета . – 2013. – № 24. – С. 94.